

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-024509

(43)Date of publication of application : 30.01.1996

(51)Int.Cl.

B01D 19/00

B01D 19/00

(21)Application number : 06-163673

(71)Applicant : FUROMU:KK

(22)Date of filing : 15.07.1994

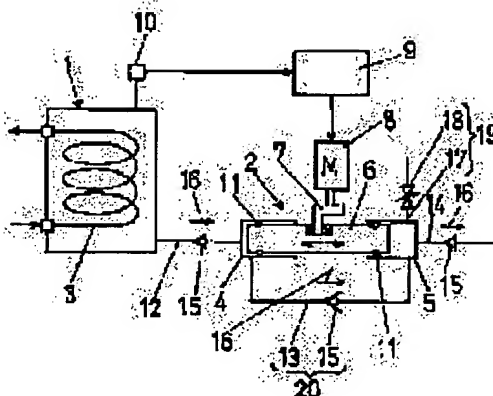
(72)Inventor : MOTOMIYA TATSUJI

## (54) DEAERATION DEVICE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide a deaeration device capable of continuation of operation without causing the damage of an evacuating system even at the case of deaeration of org. solvent.

**CONSTITUTION:** This device is composed of a vacuum chamber 1 housing a gas permeable membrane tube 3 and a vacuum pump 2 for evacuating. An air introducing part 19 drawn to smaller conductance than that of a suction passage 20 side is attached to a suction chamber 5 of an exhaust gas from a vacuum pump 2.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.03.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-24509

(43) 公開日 平成8年(1996)1月30日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

B 0 1 D 19/00

識別記号

H

庁内整理番号

1 0 1

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平6-163673

(22) 出願日 平成6年(1994)7月15日

(71) 出願人 593231070

株式会社フロム

東京都福生市熊川1492-12

(72) 発明者 本宮 達司

東京都福生市熊川1492-12 株式会社フロム内

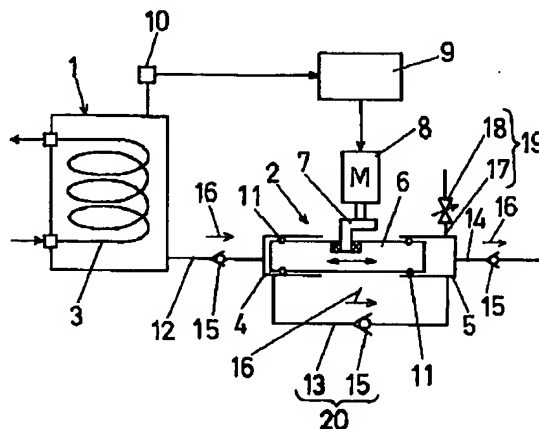
(74) 代理人 弁理士 鈴木 正次

(54) 【発明の名称】 脱気装置

(57) 【要約】

【目的】 有機系溶剤の脱気であっても、排気系の損傷を起すことなく運転を続行できるようにした脱気装置を提供することを目的としている。

【構成】 透過膜チューブ3を収容した真空チャンバー1と、排気用の真空ポンプ2とから構成されている。真空ポンプ2の排気気体の吸入室(5)に吸入通路20側のコンダクタンスより小さいコンダクタンスに絞った大気導入部19が設けてある。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 透過膜チューブを収容した真空チャンバーと、該真空チャンバーに接続した排気用の真空ポンプとからなる脱気装置において、前記真空ポンプの排気気体の吸入室に、吸入通路側のコンダクタンスより小さいコンダクタンスに絞った大気導入部が設けてあることを特徴とする脱気装置。

【請求項2】 透過膜チューブを収容した真空チャンバーと、該真空チャンバーに接続した排気用の真空ポンプとからなる脱気装置において、前記真空ポンプの吸入室に、加熱手段が設けてあることを特徴とする脱気装置。

【請求項3】 透過膜チューブを収容した真空チャンバーと、該真空チャンバーに接続した排気用の真空ポンプとからなる脱気装置において、前記真空ポンプの吸入室に、吸入通路側のコンダクタンスより小さいコンダクタンスに絞った大気導入部が設けてあると共に、加熱手段が設けてあることを特徴とする脱気装置。

【請求項4】 真空ポンプは、カスケード形ポンプ又はダイヤフラム形ポンプとした請求項1、2又は3に記載の脱気装置。

【請求項5】 真空ポンプは1又は複数の直列接続構成とした請求項4記載の脱気装置。

【請求項6】 大気導入部は、ニードルバルブ介設管、キャピラリー又はオリフィスで構成した請求項1又は3記載の脱気装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、液体に含まれた空気その他の気体を除去するようにした脱気装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、液体に含まれた空気その他の気体を除去するのに使用する脱気装置として、透過膜チューブが内部に設けられた真空チャンバー（脱気チャンバー）に、真空ポンプを接続してなる脱気装置が知られている（例えば特開平4-203479号公報）。

【0003】気体を除去すべき液体を透過膜チューブ内に流通させ、チューブ壁を通して液体に含まれる空気その他の気体を真空チャンバー側へ透過させて除去するようにしている。真空チャンバー内は数10 Torr台の予め定めた圧力が維持されるように、真空チャンバーに設けた圧力センサーの出力信号に基づいて、前記真空ポンプの起動、停止を制御回路を介して制御している。

【0004】前記透過膜チューブは、真空チャンバーに1乃至6系統で設けられる。この種の脱気装置が用いられる液体クロマトグラフィー装置において、グラジエント法による分析を行なう場合の、水、メチルアルコール、テトラヒドロフラン、アセトニトリル等の複数キャリア液体の如く、数種の液体の脱気を同時並行的に行なう必要性に対応可能としたものである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】前記の脱気装置において、被脱気液体がテトラヒドロフラン、酢酸エチル、メタノール、エタノール、ヘキサン等、有機系溶剤の場合、被脱気液体自体が透過膜を透過して脱気チャンバー側に浸出し、浸出した有機系溶剤で脱気チャンバーに接続した真空ポンプその他の排気系を損傷する問題点があった。

【0006】有機系溶剤が脱気チャンバー側に浸出した場合、真空ポンプ内では有機系溶剤が気相と液相間の相変化のみを繰り返して、真空ポンプによる外部排出が実行されない事態が生ずる。このような事態になると、有機系溶剤によって、真空ポンプを構成した金属部品の腐蝕や、合成ゴム製のＯリングその他のシール部品の膨潤が生じ、真空ポンプの運転不能や弁機能の喪失による排気不能等の故障を起していたものである。複数の溶剤の複合によって、予期しない障害を起すこともあった。

【0007】このような排気気体の凝縮が真空ポンプ内で生ずるのは、真空ポンプの使用目的上避けられないことであった。即ち、真空ポンプを介して排気する気体は、最終的には、大気圧下へ順次排出する必要がある、この為、排気気体は真空ポンプ内で大気圧より高い圧力に圧縮する必要がある。この結果として排気気体の露点が低下し、凝縮を生ずるからである。従って、前記真空チャンバー内に、定期的又は間欠的に、空気を導入して、真空チャンバーおよび真空ポンプ内の凝縮液を空気と共に、強制的に排気するような手法が従来あったが、凝縮液による機器或いは部品の損傷は避けられないので、根本的な解決手段とは言えないものであった。

【0008】この発明は以上の如くの問題点を根本的に解決し、有機系溶剤の脱気であっても、排気系の損傷を起すことなく運転を続行できるようにした脱気装置を提供することを目的としている。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成することの発明は、排気気体に常時所定量の大気を導入し、および／または排気気体を加熱し、排気気体の凝縮が起らないようにしたものである。

【0010】即ちこの発明は、透過膜チューブを収容した真空チャンバーと、該真空チャンバーに接続した排気用の真空ポンプとからなる脱気装置において、前記真空ポンプの排気気体の吸入室に、吸入通路側のコンダクタンスより小さいコンダクタンスに絞った大気導入部が設けてあることを特徴とする脱気装置である。

【0011】また、透過膜チューブを収容した真空チャンバーと、該真空チャンバーに接続した排気用の真空ポンプとからなる脱気装置において、前記真空ポンプの吸入室に加熱手段が設けてあることを特徴とする脱気装置である。

【0012】また、透過膜チューブを収容した真空チャンバーと、該真空チャンバーに接続した排気用の真空ポ

ンプとからなる脱気装置において、前記真空ポンプの吸入室に、吸入通路側のコンダクタンスより小さいコンダクタンスに絞った大気導入部が設けてあると共に、加熱手段が設けてあることを特徴とする脱気装置である。

【0013】前記真空ポンプは、カスケード形ポンプ又はダイヤフラム形ポンプとすることができるものである。1又は複数の直列接続構成とすることができるものである。

【0014】また、前記大気導入部は、ニードルバルブを介設した管、キャピラリー又はオリフィスで構成することができるものである。

【0015】

【作用】この発明の脱気装置によれば、真空ポンプの吸入室には、真空チャンバー内の脱気気体と大気が同時に吸入され、および／または吸入室に吸入された気体が加熱される結果、吸入された気体中に含まれた凝縮性気体の分圧が低下し、および／または露点より高温とし凝縮を起すことなく外部へ排気することができる。

【0016】

【実施例】以下この発明の実施例を図を参照して説明する。

【0017】図1はこの発明の第1実施例の脱気装置の構成図であって、真空チャンバー1と真空ポンプ2とを備えている。真空チャンバー1は内部に透過膜チューブ3（図は1系統で示してあるが複数系統とすることもできる）が収容してあり、透過膜チューブ3内に被脱気液体を流通させるようになっている。

【0018】真空ポンプ2は、カスケード形のポンプであって、有底筒状としたポンプケーシング4、5が、開口部を対向させて設けられ、ピストン6がポンプケーシング4、5間で往復移動可能に設けられている。ピストン6の往復移動は、ピストン6に係合させた偏心カム7をモータ8で回転させて行うもので、モータ8の制御回路9は真空チャンバー1に取付けた圧力センサ10の信号を得てモータ8のON、OFF制御が行なわれるようになっている。図中11はピストン6に装着したリングで、ポンプケーシング4、5の内壁面との間で気密を保持するようになっている。又、12は真空チャンバー1とポンプケーシング4間を接続した導管、13はポンプケーシング4とポンプケーシング5間を接続した導管であり、14はポンプケーシング5に接続した排気管である。各導管12、13および排気管14には、夫々逆止弁15が介設してあり、気体の流通方向が矢示16のように規制されている。尚、前記導管13はピストン6の内部に、長手方向に沿って貫通路を形成し、その中に逆止弁を設置した構造とすることもできる。

【0019】前記ポンプケーシング4、5のうち、後段（高圧側）のポンプケーシング5には、別の導管17の一端が接続してあり、該導管17にニードルバルブ18が介設してある。導管17およびニードルバルブ18は

ポンプケーシング5に対する大気導入部19を構成しているもので、この大気導入部19のコンダクタンスは、導管13と逆止弁15で構成されている、ポンプケーシング5の吸入通路20のコンダクタンスより小さく調整する。

【0020】例えば、大気導入部19のコンダクタンスを吸入通路20のコンダクタンスとほぼ等しい程度に調整すると、ポンプケーシング5に吸入される気体は、真空チャンバー1側から排気した気体と大気をほぼ1対1の割合とすることができ、排気した気体中に含まれたガス（特に凝縮性気体）の分圧を約1/2に下げることができる。従って、実際に排気する気体の成分、性質等を考慮して、ニードルバルブ18の開度を調整し、コンダクタンスを設定する。

【0021】上記実施例の脱気装置において、透過膜チューブ3に被脱気液体を流通すると共に、真空ポンプ2を運転状態にすると、被脱気液体中に含まれた気体を真空チャンバー1側に透過させて、真空ポンプ2で除去することができる。

【0022】真空チャンバー1内の圧力は圧力センサ10で検出されて、所定の圧力に維持されるように、真空ポンプ2が制御回路9でON、OFF制御される。各部の圧力の一例を示すと、真空チャンバー1内で約45 Torr (6000 Pa)、ポンプケーシング4内で20~200 Torr (2600~26000 Pa)、ポンプケーシング5内で70~760 Torr (9000~101000 Pa)である。

【0023】上記の如くの脱気作用において、若干の被脱気液体自体も透過膜チューブ3を透過し、排気気体中に混入する。被脱気液体がテトラヒドロフラン、酢酸エチル、メタノール、エタノール、ヘキサン等の有機系溶剤のような場合、これらの透過液体が、ポンプケーシング5において、凝縮を生じて、リング11や、ポンプケーシング5（金属製の場合）、更には逆止弁15のシール部品等を損傷していたものである。ポンプケーシング5では排気気体を大気圧より高い圧力に加圧することによって、逆止弁15を通して大気側へ放出していたためである。

【0024】然るに、実施例の脱気装置においては、前記の通り、ポンプケーシング5には、大気導入部19を通して大気が導入されて、凝縮性の排気気体の分圧を低下させるので、逆止弁15を通して加圧放出する工程においても、凝縮を生ずることなく排出が行なわれる。この結果、リング11その他の部材の損傷を防止することができる。

【0025】図2はこの発明の第2実施例の脱気装置の構成図である。前記実施例の大気導入部に代えて、ポンプケーシング5に対する加熱手段として、ヒータ21を設けたものである。ヒータ21はヒータコントローラ22で制御されるもので、ヒータコントローラ22は制御

回路9から与えられる、真空チャンバー1の圧力変化率に基づいて、ヒータ21を制御し、ポンプケーシング5を所定の温度（例えば25～50℃）に加熱できるようにしてある。他の部分は前記実施例と同様の構成であるので、同一部材には同一符号を付して表わし、説明を省略する。

【0026】この実施例では、凝縮性の気体がポンプケーシング5側に導かれる場合、ヒータ21を介して気体が加熱されて露点より十分高い温度にできるので、凝縮を生じることなく逆止弁15を通して外部に排出することができ

【0027】ポンプケーシング5内で凝縮が生ずる場合、ピストン6の往復移動に従って、凝縮性気体は、ポンプケーシング5内で凝縮・気化をくり返し、液相と気相間で相変化し、排気が行なわれなくなる。このようになると、ポンプケーシング4からポンプケーシング5への気体移動も行なわれなくなり、結局、真空ポンプ2の機能が低下し、真空チャンバー1の圧下低下が起らなくなる。このような状況は、圧力センサ10、制御回路9を通してヒータコントローラ22へ伝えられて、ヒータ21により加熱を強化させるので、ポンプ機能の低下を避け、かつ排気気体を凝縮させることなく、外部へ排出し、ポンプケーシング5、Oリング11、逆止弁15等の損傷を防止することができる。

【0028】次に図3はこの発明の第3実施例の脱気装置の構成図である。前記第1、第2実施例の大気導入部19と加熱手段としてのヒータ21の両方を設けた構成としてある。従って、前記各実施例と同一の部材には同一の符号を付して、説明は省略する。

【0029】この実施例では、ポンプケーシング5へは大気が所定の割合で導入されて、凝縮性気体の分圧が低下し、かつヒータ21で加熱されて露点より十分高い温度の気体とできるので、凝縮を無くし、Oリング11その他の損傷を防止することができる。

【0030】図4は、前記大気導入部19の他の実施例を示したもので、(a)はキャピラリー23をポンプケーシング5へ接続して大気導入部19を構成した場合、(b)はポンプケーシング5の側壁へオリフィス24を形成して大気導入部19を構成した場合である。何れも、大気導入部19のコンダクタンスを一定とする場合に、キャピラリー23の長さやオリフィス24の径を設定して実施することができる。

【0031】図5、および図6は前記実施例のカスケード形のポンプに代えて、ダイヤフラム形のポンプを用いた実施例で、図5はダイヤフラム形の真空ポンプ25、26を2個直列に接続した実施例、図6はダイヤフラム形のポンプ1個を接続した実施例である。図中27がダイヤフラムであり、28がダイヤフラムの駆動装置（振動源）、29が圧力センサ10の信号を受けて、真空ポンプ25、26を制御する制御回路である。

【0032】図5の実施例の後段の真空ポンプ26並びに図6の実施例の真空ポンプ25の吸入室25a、26aには、ニードルバルブ18を介設した導管29の一端を接続して、大気導入部30を設けてある。この大気導入部30のコンダクタンスは、吸入側のコンダクタンスよりは小さくしてある。他の部材については、前記実施例と同一機能の部材には同一符号を付して説明を省略する。

【0033】このような、ダイヤフラム形の真空ポンプ25、26を用いた脱気装置においても、大気導入部30を設けた吸入室25a、26a内では、凝縮性ガスの分圧が低下するので、排気管14を通して大気圧下へ排出するに際しても、凝縮が生じるのを避け、ダイヤフラム、逆止弁15等が損傷するのを防止することができる。

【0034】ダイヤフラム形の真空ポンプ25、26へヒータによる加熱手段を設けて、吸入気体を露点より高い温度に加熱して凝縮を防止することも可能であるので、前記のような大気導入部28に代えて、又は加えて加熱手段を設けて脱気装置を構成することもできる。

【0035】

【発明の効果】以上に説明した通り、この発明によれば、透過膜チューブを透過した凝縮性気体が凝縮を生ずることなく排出できるので、Oリングその他のポンプ構成部材や弁構成部材の損傷を防止できる効果があると共に、排気機能が損なわれないので、脱気性能の優れた脱気装置を提供できる効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】この発明の第1実施例の構成図である。

【図2】この発明の第2実施例の構成図である。

【図3】この発明の第3実施例の構成図である。

【図4】大気導入部の他の実施例の図で、(a)はキャピラリー、(b)はオリフィスとした実施例の一部拡大断面図である。

【図5】ダイヤフラム形の真空ポンプ（2段）を用いた実施例の構成図である。

【図6】同じくダイヤフラム形の真空ポンプ（1段）を用いた実施例の構成図である。

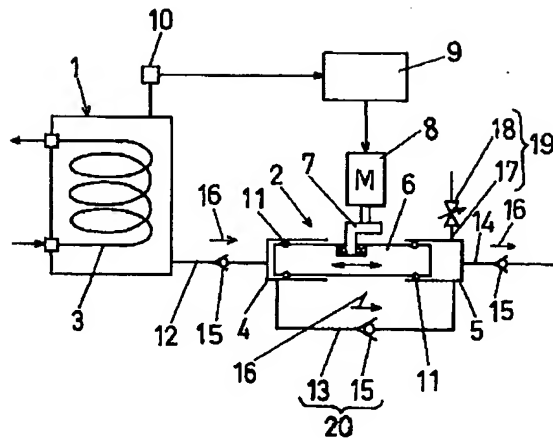
【符号の説明】

- 1 真空チャンバー
- 2 真空ポンプ
- 3 透過膜チューブ
- 4、5 ポンプケーシング
- 6 ピストン
- 7 偏心カム
- 8 モータ
- 9 制御回路
- 10 圧力センサ
- 11 Oリング
- 12、13 導管

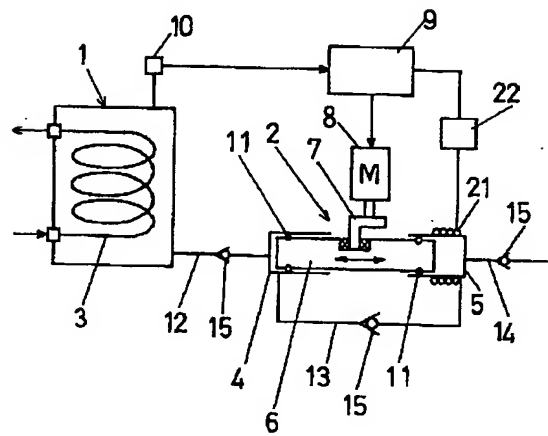
- 14 排気管
- 15 逆止管
- 16 矢示
- 17 導管
- 18 ニードルバルブ
- 19 大気導入部
- 20 吸入通路
- 21 ヒータ

- \* 22 ヒータコントローラ
- 23 キャピラリー
- 24 オリフィス
- 25、26 真空ポンプ
- 27 ダイヤフラム
- 28 駆動装置
- 29 導管
- \* 30 大気導入部

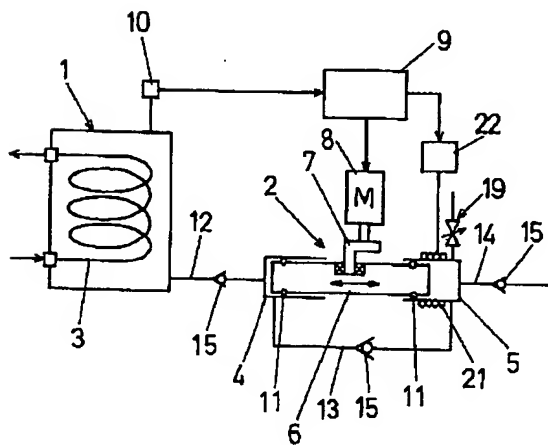
【図1】



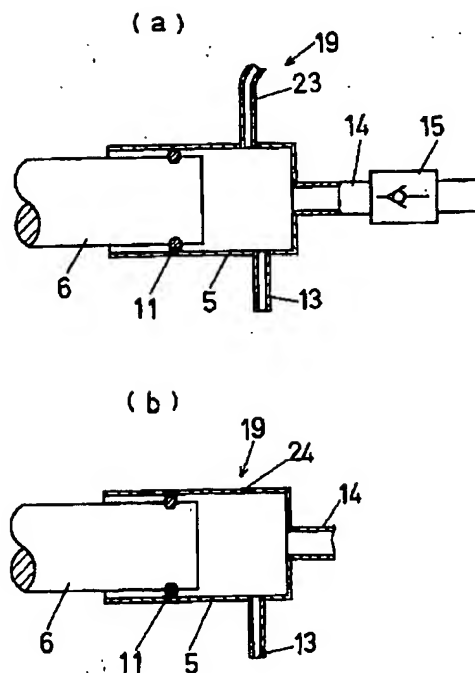
【図2】



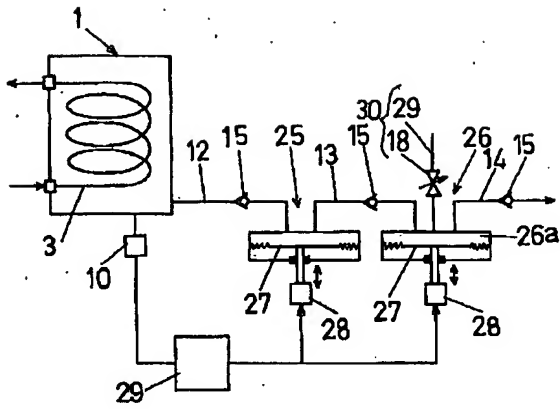
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

